

**Abstract (Basic): JP 2000239023 A**

**NOVELTY** - The feed stock containing 0.01-2.0 wt% of tin oxide ( $\text{SnO}_2$ ) is heated to temperature above 1350 degrees C. The molten glass solution is degassed under a vacuum pressure of 50-380 Torr.

**USE** - For manufacture of glass.

**ADVANTAGE** - Manufactures quality glass without risk of reducing life span of glass melting furnace, as tin oxide is used in feed stock instead of arsenic oxide.

pp: 4 DwgNo 0/0

**Title Terms:** GLASS; FEED; STOCK; MELT; PROCESS; MANUFACTURE; GLASS; HEAT; FEED; STOCK; CONTAIN; DEGAS; PRESET; TEMPERATURE; VACUUM; PRESSURE

**Derwent Class:** L01

**International Patent Class (Main):** C03B-005/225

**International Patent Class (Additional):** B01D-019/00

**File Segment:** CPI

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2000-239023  
(P2000-239023A)

(43)公開日 平成12年9月5日(2000.9.5)

(51)Int.Cl.  
C 0 3 B 5/225  
B 0 1 D 19/00

識別記号

101

F I  
C 0 3 B 5/225  
B 0 1 D 19/00

テ-マコード(参考)  
4 D 0 1 1

D

101

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全4頁)

(21)出願番号 特願平11-40107

(22)出願日 平成11年2月18日(1999.2.18)

(71)出願人 000232243  
日本電気硝子株式会社  
滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号  
(72)発明者 佐藤 能史  
滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本電  
気硝子株式会社内  
(72)発明者 河本 徹  
滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本電  
気硝子株式会社内  
F ターム(参考) 4D011 AA12 AA16

(54)【発明の名称】 ガラスの製造方法

(57)【要約】

【課題】  $As_2O_3$ を用いることなく、かつガラス溶融炉の寿命もちぢめることなく高品質のガラスを製造することができるガラスの製造方法を提供すること。

【解決手段】 本発明は、ガラス原料を加熱して  $SnO_2$ が0.01~2重量%含有するガラス融液に溶解し、該ガラス融液を1350°C以上の高温状態にして50~380 Torrの減圧下で脱泡することを特徴とする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガラス原料を加熱して  $SnO_2$  が 0.01 ～ 2 重量% 含有するガラス融液に溶解し、次いで該ガラス融液を 1350℃ 以上の高温状態にして 50 ～ 380 Torr の減圧下で脱泡することを特徴とするガラスの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ガラス原料を溶融する際に発生する泡を効率的に除去するガラスの製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、ガラスを製造する場合、ガラス原料を溶解して均質なガラス融液にするが、ガラス融液中に泡が生じ、この泡は製品欠陥の原因となる。このようなガラス融液中の泡を除去するためにガラス原料中に清澄剤として  $Na_2SiO_4$ 、 $As_2O_3$ 、 $SnO_2$  を添加してガラス融液に溶解し、高温状態のガラス融液中で清澄剤の反応を利用してガラス融液から脱泡を行っている。特に、 $As_2O_3$  は脱泡の効果が大きく高品質なガラスを製造に重用されている。

【0003】 しかし、 $As_2O_3$  は毒性が  $SnO_2$  より強く、その使用が制限されつつある。近年、 $As_2O_3$  を代替する清澄剤として  $SnO_2$  の使用が試みられている。この清澄剤は、高温状態のガラス融液中における  $SnO_2$  の反応を利用して放出された  $O_2$  ガスを浮上脱泡に用いるものである。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】  $As_2O_3$  を使用した場合、1200℃以下の温度で  $As_2O_3$  の酸化反応が起こり  $As_2O_5$  が生成され、この  $As_2O_5$  が通常のガラスを溶融する 1300 ～ 1600℃ の温度範囲内で反応を起こして  $O_2$  ガスを放出し、 $O_2$  ガスが大きい気泡となってガラス融液中を浮上する際にガラス融液中の泡を除去するが、一方、 $SnO_2$  を使用した場合、 $SnO_2$  は大気圧下で 1300 ～ 1600℃ の温度範囲内では分解反応があまり活発ではないので十分に  $O_2$  ガスが放出されず、ガラス融液中に泡が残り、製造されたガラスが所要の品質を有さないという問題がある。

【0005】 本発明は、上記のような従来の問題点を解決したガラスの製造方法を提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明に係るガラスの製造方法は、ガラス原料を加熱して  $SnO_2$  が 0.01 ～ 2 重量% 含有するガラス融液に溶解し、次いで該ガラス融液を 1350℃ 以上の高温状態にして 50 ～ 380 Torr の減圧下で脱泡することを特徴とする。

## 【0007】

【作用】 本発明は、 $SnO_2$  が 0.01 ～ 2 重量% 含有するガラス融液を 1350℃ 以上の高温状態にして 50

～ 380 Torr の減圧下で脱泡するので、ガラス融液を  $O_2$  分圧が低下した溶融雰囲気中に保持することにより、1350℃ 以上の温度で  $SnO_2$  の分解反応が活発に起こって多くの  $O_2$  ガスを放出し、ガラス融液中の泡および  $O_2$  ガスがボイルーシャルルの法則に従って膨張して大きい気泡となり脱泡が促進される。

【0008】  $SnO_2$  の含有量が 0.01 重量% 未満の場合、反応によりガラス融液中に放出される  $O_2$  ガスが少なすぎて脱泡の効果がほとんどなく、 $SnO_2$  の含有量が 2 重量% を越える場合、膨張係数等のガラスの特性が意図していた特性範囲から外れてしまう。

【0009】 また、ガラス融液の温度を 1350℃ 未満にした場合、 $SnO_2$  の分解反応が十分に起こらないので放出される  $O_2$  ガスが少なく脱泡の効果がほとんどない。一方、ガラス融液の温度を 1650℃ を越える高温状態にした場合、ガラス溶融炉を構成する耐火物や白金等の浸食が促進され、浸食された耐火物や白金等から異物や脈理等の製品欠陥が生じ、かつガラス溶融炉の寿命が短くなってしまうので、ガラス融液を 1650℃ 以下にすることが好ましい。

【0010】 さらに、ガラス溶融炉内を 50 Torr 未満に減圧するには設備が大がかりとなりコストが見合わなくなり、380 Torr 以上の減圧状態では溶融雰囲気中の  $O_2$  分圧が高く、 $SnO_2$  の分解反応が十分に起こらず、かつガラス融液中の泡も十分に膨張せず脱泡の効果が小さい。

## 【0011】

【発明の実施の形態】 以下、本発明に係るガラスの製造方法の実施例と比較例とを対比することにより説明する。

【0012】 実施例として  $SnO_2$  を 0.6 重量% 添加したガラス原料、比較例として  $As_2O_3$  を 0.6 重量% 添加したガラス原料、他の比較例として清澄剤を全く添加しないガラス原料を各々白金坩堝に入れ、これらの白金坩堝を加熱炉内で 1600℃ に加熱して 10<sup>2.75</sup> ポイズの粘度で 24 時間かけてアルミノシリケートガラスを溶融した。その後、各ガラス融液を白金坩堝から流し出して固化させ粉碎して 4 mm 以下のカレットを作製した。

【0013】 先ず、作製した上記の各ガラスのカレットを用いて、清澄剤と減圧状態との関係を調べた。実施例 1 として  $SnO_2$  を 0.6 重量% 添加したガラスカレット 50 g を再び白金坩堝に入れて大気圧下で 1600℃、30 分の条件で再溶融した後、1600℃ の温度を維持したまま 50、100、200、380 Torr、大気圧 (760 Torr) の下で 30 分脱泡した場合のガラス 10 g 当たりの泡の個数を計測し、その結果を  $As_2O_3$  を 0.6 重量% 添加した比較例 1 および清澄剤を全く添加しない比較例 2 と共に表 1 に示す。また、実施例 2 として  $SnO_2$  を 0.6 重量% 添加したガラス融液

を同じ環境下で60分脱泡した場合のガラス10g当たりの泡の個数を、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を0.6重量%添加した比較例3、および清澄剤を全く添加しない比較例4と共に表2に示す。

## 【0014】

【表1】

種類	着目条件	ガラス10g当たりの泡の個数		
		類別1	類別1	類別2
着目	ガラス融液	SnO <sub>2</sub>	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	無添加
24時間	1600°C 30分間	0.6重量%	0.6重量%	
	1600°C 50Torr	1	1	12670
	1600°C 100Torr	1	1	18333
	1600°C 200Torr	59	23	21500
	1600°C 380Torr	5833	2254	17000
	1600°C 大気圧	6795	5658	20000

## 【0015】

【表2】

種類	着目条件	ガラス10g当たりの泡の個数		
		類別2	類別3	比較4
着目	ガラス融液	SnO <sub>2</sub>	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	無添加
24時間	1600°C 60分間	0.6重量%	0.6重量%	
	1600°C 50Torr	1	1	4300
	1600°C 100Torr	1	1	6700
	1600°C 200Torr	5	23	12300
	1600°C 380Torr	4250	1333	15700
	1600°C 大気圧	8065	4643	13500

【0016】表1の実施例1と比較例2の泡の個数から明らかなように、清澄剤の脱泡効果は顕著であり、実施例1では、SnO<sub>2</sub>はAs<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を用いた比較例1に比べると大気圧下の脱泡効果の点で劣るが、200Torr以下での減圧下ではAs<sub>2</sub>O<sub>3</sub>と同等の脱泡効果を示している。また、ガラス融液を1600°Cで60分保持した場合、表2の泡の個数から分かるように、実施例2では、SnO<sub>2</sub>は200Torr～380Torrの間の減圧下で比較例3のAs<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の脱泡効果を追い越し、200Torr以下での減圧下では、顕著な脱泡効果を示している。

【0017】次に、大量生産する実際のガラス溶融炉の清澄室を想定した清澄剤と減圧状態との関係を調べた。実際のガラス溶融炉では、ガラス原料を溶解室内で約1500°Cに加熱してガラス融液に溶解し、このガラス融液を清澄室内で加熱して約100°C昇温して約1600°C

°Cの温度に所定時間保持することにより脱泡を行っている。このような溶融条件を考慮して上記3種類のガラス原料を大気圧下で1500°C、24時間の条件で溶融し、4mm以下に粉碎して各ガラスカレットを作製し、これらのガラスカレットを用いて清澄剤の脱泡効果を調べた。

【0018】実施例3としてSnO<sub>2</sub>を0.6重量%添加したガラスカレット50gを再び白金坩堝に入れて、大気圧下で1600°C、30分の条件で再溶融した後、1600°Cの温度を維持したままガラス融液を100Torrの減圧下で30分保持し、ガラス10g当たりの泡の個数を計測した。その結果を同じガラスを大気圧下で30分保持した比較例5、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を0.6重量%添加した比較例6および清澄剤を全く添加しない比較例7と共に表3に示す。また、実施例4としてSnO<sub>2</sub>を0.6重量%添加した1600°Cのガラス融液を100Torrの減圧下で60分脱泡した場合のガラス10g当たりの泡の個数を計測し、その結果を同じガラスを大気圧下で60分保持した比較例8、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を0.6重量%添加した比較例9、および清澄剤を全く添加しない比較例10と共に表4に示す。

## 【0019】

【表3】

項目	着目	種類	ガラス10g	
			各々の量	ガラス融液
				1600°C 30分間
類別3	SnO <sub>2</sub> 0.6重量%	100Torr	1	
比較5	SnO <sub>2</sub> 0.6重量%	大気圧	1035	
比較6	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.6重量%	大気圧	64	
比較7	なし	大気圧	14500	

## 【0020】

【表4】

項目	着目	種類	ガラス10g	
			各々の量	ガラス融液
				1600°C 60分間
類別4	SnO <sub>2</sub> 0.6重量%	100Torr	1	
比較8	SnO <sub>2</sub> 0.6重量%	大気圧	320	
比較9	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.6重量%	大気圧	2	
比較10	なし	大気圧	13400	

【0021】表3の泡の個数から分かるように、大気圧下でガラス融液の温度を1500°Cから1600°Cに昇温する比較例5では、SnO<sub>2</sub>は100°Cの温度上昇の脱泡効果の点でAs<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を用いた比較例6より劣り、比較例5と表4の保持時間を60分にした比較例8とを対

比すると脱泡に長い保持時間を要する傾向を示しているが、100 Torrの減圧下でガラス融液を保持する実施例3および実施例4では、SnO<sub>2</sub>の脱泡効果が顕著となり、30分という短い保持時間であっても60分保持した場合と同じ脱泡効果を示している。

## 【0022】

【発明の効果】本発明のガラスの製造方法によれば、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を用いることなく、かつガラス溶融炉の寿命も持ちめることなく高品質のガラスを製造することができる実用上優れた効果を奏するものである。